

Ind. J. Chem. Res., 2016, 3(2), 324-328

**CARBON CHARACTERIZATION FROM CANDLENUT SHELLS
(*Aleurites Moluccana* (L) Willd) WITH XRD**

**Karakterisasi Karbon Dari Tempurung Kemiri
(*Aleurites Moluccana* (L) Willd) Dengan Alat XRD**

Jolantje Latupeirissa*, Matheis F.J.D.P. Tanasale, Kalam Dade

*Chemistry Department, Faculty of Mathematics and Natural Sciences
Pattimura University, Kampus Poka, Jl. Ir. M. Putuhena, Ambon 97134*

**Corresponding author, e-mail: jolalatu@fmipa.unpatti.ac.id*

Received: Oct. 2015 Published: Jan. 2016

ABSTRACT

The research of carbon characterization from candlenut shells before and after activation has been done. Activated carbon were obtained through the heating process at 350 °C for 2 hours. The carbon charcoal were further cooled and sieved with a 100 mesh sieve. Then, calcinated at 450 °C and nitrogen (N₂) were flowed for 2 hours and characterized by XRD for carbon before activation. Carbon was activated by using KOH solution with a concentration of 50% for 5 hours, then dried in an oven at 120 °C for 1 hour and characterized. XRD diffractogram of crystallization for carbon before activation produced three main peak were 2.93 Å, 3.25 Å, and 8.26 Å, and at 2θ region of 30.47°, 27.40°, and 10.70°, respectively. XRD diffractogram of crystallization for activated carbon produced three main peak were 3.0195 Å, 3.3383 Å and 8.0955 Å, the 2θ value which was shifted of 29.560°, 26.682°, and 10.920°. This shift indicates that the distance difference between charcoal crystal face caused by KOH activator. Weight acidity solids before and after activation was 27.370 x10⁻³ and 33.1245x10⁻³ mol.g⁻¹, respectively.

Keywords: *Characterization, activated carbon, XRD*

PENDAHULUAN

Di Indonesia, tempurung kemiri merupakan hasil pengolahan biji kemiri. Limbah pangan ini belum dapat dimanfaatkan secara optimal. Melihat kesamaannya dengan tempurung kelapa, tempurung kemiri diperkirakan dapat dipergunakan sebagai bahan baku pembuatan arang aktif. Dalam hal ini teksturnya keras dan diduga memiliki kandungan bahan kayu seperti lignin, selulosa dan hemiselulosa yang tinggi (Anisya, 2009). Tempurung kemiri dapat diperlihatkan pada Gambar 1.

Dengan biji, daun dan akar *Aleurotus moluccana* mengandung saponin, flavonoida, dan polifenol, di samping itu daging bijinya mengandung minyak lemak, pada korteksnya mengandung tannin. Daging bijinya bersifat laksatif. Di Ambon korteksnya digunakan sebagai anti tumor, di Jawa digunakan sebagai obat diare, sariawan dan desentri, di Sumatra daunnya digunakan untuk obat sakit kepala dan gonorrhea. Minyak kemiri dibuktikan berkhasiat

sebagai obat penumbuh rambut (Romadhon, 2008).



Gambar 1. Tempurung Kemiri

Kemiri berasal dari Maluku dan tersebar ke Polynesia, India, Filipina, Jawa, Australia dan Kepulauan Pasifik, India Barat, Brazil dan Florida. Kemiri (*Aleurites moluccana*) adalah tumbuhan yang bijinya dimanfaatkan sebagai sumber minyak dari rempah-rempah. Tumbuhan ini masih sekerabat dengan singkong dan termasuk dalam suku Euphorbiaceae (Anisya, 2009).

Tanaman kemiri (*Aleuritus moluccana*) berpohon besar dengan ketinggian 25–40 meter, beranting banyak, mempunyai tunas muda yang tertutup rapat oleh bulu yang berwarna putih keabu-abuan atau coklat. Daun muda berlekuk tiga atau lima, sedangkan daun tua berbentuk bulat dengan ujung meruncing. Daun tersebut mempunyai kelenjar berwarna hijau kekuningan. Bunga kemiri merupakan bunga majemuk yang berumah satu, berwarna putih dan berangkai pendek. Buah kemiri berkulit keras dengan berdiameter 5 cm, di dalamnya terdapat satu atau dua biji yang keras dengan permukaan kasar dan beralur (Anisya, 2009).

Buah kemiri tidak dapat langsung di makan mentah karena beracun yang disebabkan oleh toxalbumin. Persenyawaan toxalbumin dapat dihilangkan dengan cara pemanasan dan dapat dinetralkan dengan penambahan bumbu lainnya seperti garam, merica dan terasi. Bila terjadi keracunan karena kemiri, dapat dinetralkan dengan meminum air kelapa.

Karbon aktif adalah suatu bahan padat berpori yang merupakan hasil pembakaran bahan yang mengandung karbon. Karbon aktif merupakan suatu bentuk arang yang telah melalui aktivasi dengan menggunakan gas CO_2 , uap air atau bahan-bahan kimia sehingga pori-porinya terbuka dan dengan demikian daya adsorpsinya menjadi lebih tinggi terhadap zat warna dan bau. Karbon aktif mengandung 5 sampai 15 persen air, 2 sampai 3 persen abu dan sisanya terdiri dari karbon diperlihatkan pada Gambar 2.



Gambar 2. Karbon Aktif

Pengertian karbon aktif ditujukan pada karbon yang amorf yaitu, karbon yang telah dibuat dan diolah secara khusus untuk memperbesar daya penjerapannya. Pada umumnya bahan baku pembuatan karbon yang terdapat pada binatang, tanaman, mineral dapat dijadikan

arang, misalnya tulang binatang, tempurung kelapa, kayu, serbuk gergaji, sekam padi, kulit durian, batu bara, dan tongkol jagung. Pada karbon non aktif, struktur pori-pori yang dapat menyerap sudah berbentuk garis putih yang lebih luas, sehingga mempunyai daya serap yang lebih besar (Arifin dan Ramli, 1989).

Menurut Cheremisinoff dan Morresi (1978), proses pembuatan karbon aktif dapat dibagi menjadi tiga tahap yaitu : (a) dehidrasi (proses penghilangan air yaitu, bahan baku dipanaskan sebagai temperatur 170 °C), (b) karbonisasi (pemecahan bahan-bahan organik menjadi karbon). Pada Suhu di atas 270 °C, akan menghasilkan CO, CO_2 dan asam asetat. Pada suhu 275 °C, dekomposisi menghasilkan “ter” metanol dan hasil samping lainnya. Pembentukan karbon terjadi pada temperatur 400–600 °C dan aktivasi dekomposisi ter dan perluasan pori-pori, dapat dilakukan dengan uap atau CO_2 . Proses aktivasi yang dilakukan adalah aktivasi fisis yaitu oksidasi dari udara pada temperatur rendah atau dengan aliran gas pada temperatur tinggi. Dengan adanya proses aktivasi ini akan memperluas permukaan aktif pada karbon, yaitu dengan terbentuknya pori-pori.

Cooeson (1978) menyatakan karbon aktif mempunyai pori- pori yang saling berhubu ngan, yaitu : pori makro, mikro dan transisi. Melalui pori inilah terjadi proses penyerapan. Pori makro dapat menyerap molekul adsorbat dan pelarut yang berhubungan dengan permukaan luar dari partikel karbon, pori karbon merupakan cabang dari pori makro dan dapat menyerap pelarut dan adsorbat dengan ukuran yang lebih kecil, sedangkan pori transisi merupakan cabang dari pori makro yang hanya dapat menyerap molekul pelarut yang lebih kecil.

X-ray diffraction (XRD) merupakan salah satu metoda karakterisasi material yang di gunakan untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam material dengan cara menentukan para meter struktur kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel. Difraksi sinar X terjadi pada hamburan elastis foton-foton sinar X oleh atom dalam sebuah kisi periodik. Hamburan monokromatis sinar X dalam fasa tersebut memberikan interferensi yang konstruktif. Dasar dari penggunaan difraksi sinar X untuk mempelajari kisi kristal adalah berdasarkan persamaan Bragg :

$$n\lambda = 2.d.\sin \theta ; n = 1,2 \dots \dots (1)$$

Dengan λ adalah panjang gelombang sinar X yang digunakan, d adalah jarak antara dua bidang kisi, θ adalah sudut antara sinar datang dengan bidang normal, dan n adalah bilangan bulat yang disebut sebagai orde pembiasan.

Berdasarkan persamaan Bragg, jika seberkas sinar X dijatuhkan pada sampel kristal, maka bidang kristal itu akan membiaskan sinar X yang memiliki panjang gelombang yang sama dengan jarak antar kisi dalam kristal tersebut. Sinar yang dibiaskan akan ditangkap oleh detektor kemudian diterjemahkan dalam sebuah puncak difraksi. Makin banyak bidang Kristal yang terdapat dalam sampel, makin kuat intensitas pembiasan yang dihasilkannya.

Tiap puncak yang muncul pada pola XRD mewakili pada satu bidang Kristal yang memiliki orientasi tertentu dalam sumbu tiga dimensi. Puncak-puncak yang didapatkan dari data pengukuran ini kemudian dicocokkan dengan standar difraksi sinar X untuk hampir semua jenis material (Fitriadi, 2011). Difraksi sinar X serbuk yang paling banyak di gunakan untuk identifikasi bahan kristalin (mineral misalnya, senyawa anorganik). Penentuan padatan diketahui sangat penting untuk di bidang geologi, ilmu lingkungan, ilmu material, teknik dan teknologi.

METODOLOGI

Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah tempurung kemiri, akuades, KOH (p.a. Merk), NH_3 (p.a.Merk), gas nitrogen, kertas saring Whatman no.42,

Alat

Seperangkat alat gelas, desikator, pengerus, ayakan Tatonas (100 mesh), neraca analitik Ohaus, shaker, oven, alat kalsinasi, tanur, pipet tetes, pipet volum, XRD (Shimadzu XD -160).

Prosedur Kerja

Preparasi sampel

Tempurung kemiri diambil dari buah kemiri, dilepaskan isinya kemudian diambil tempurungnya. Setelah itu dicuci berulang kali dengan air suling, kemudian dikeringkan dan dimasukkan di dalam tanur pada suhu 450°C

selama 2 jam. Arang yang dihasilkan kemudian dihaluskan, diayak dengan ayakan Tatonas (100 mesh) dan dikarakterisasikan dengan X-RD.

Uji keasaman permukaan sebelum aktivasi

Metode yang digunakan untuk menentukan keasaman permukaan dari arang aktif adalah metode gravimetri yaitu karbon yang dihasilkan dari tempurung kemiri, diambil sebanyak 0,2 g dimasukkan dalam wadah dan diletakkan dalam desikator yang di dalamnya terdapat adsorbat amonia (p.a). Desikator ditutup selama 24 jam kemudian dikeluarkan dan dibiarkan selama 2 jam pada tempat terbuka untuk melepaskan basa yang teradsorpsi fisik. Bobot karbon yang telah mengadsorpsi basa diukur untuk mendapatkan mol basa yang teradsorpsi pada karbon dengan rumus :

$$\text{Bobot teradsorpsi} = \frac{(w_3 - w_2)}{(w_2 - w_1) \times BM} \text{ mol g}^{-1} \dots (2)$$

dengan :

w_1 = Bobot kosong

w_2 = Bobot wadah dan cuplikan

w_3 = Bobot dan cuplikan yang telah mengadsorpsi ammonia

Proses kalsinasi dan aktivasi karbon pada tempurung kemiri

Sampel arang dimasukkan dalam perangkat alat kalsinasi yang telah dipanaskan pada suhu 450°C dan dialiri dengan gas nitrogen, selama 2 jam. Selanjutnya diaktivasi dengan cara, ambil 30 g karbon tempurung kemiri dan direndam dalam reagen aktivator KOH 3 M selama 10 jam disaring dan dicuci dengan aquades. Karbon aktif yang dihasilkan kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 110°C selama 1 jam, selanjutnya didinginkan dalam desikator dan dikarakterisasikan dengan XRD.

Uji keasaman permukaan setelah diaktivasi

Metode yang digunakan untuk menentukan keasaman permukaan dari karbon aktif adalah metode gravimetri. Karbon yang dihasilkan dari tempurung kemiri, diambil sebanyak 0,2 g, dimasukkan didalam wadah dan diletakkan dalam desikator yang di dalamnya terdapat adsorbat ammonia (p, a). Desikator ditutup selama 24 jam, kemudian dikeluarkan dan dibiarkan selama 2 jam pada tempat terbuka

untuk melepaskan basa yang teradsorpsi fisik. Bobot karbon aktif yang telah mengadsorpsi basa untuk mendapatkan mol basa yang teradsorpsi pada karbon aktif dengan Persamaan (2).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Preparasi Karbon dari Tempurung Kemiri

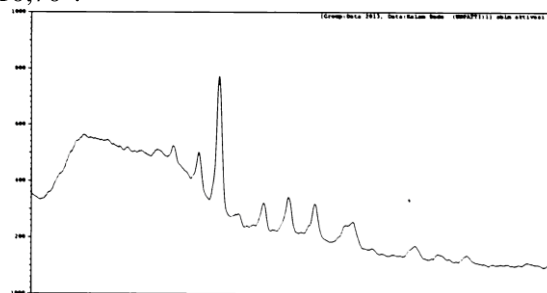
Tempurung kemiri yang telah di cuci, di keringkan dalam oven pada suhu 110 °C selama 2 jam dan di lakukan proses pengarangan dengan menggunakan tanur pada suhu 450 °C hingga menjadi arang. Proses pengarangan akan menghasilkan arang yang tidak begitu aktif karena luas permukaannya masih begitu rendah. Kemudian arang yang diperoleh dihaluskan dan di ayak dengan ukuran 100 mesh, selanjutnya di lakukan suatu proses yaitu proses kalsinasi bertujuan untuk menghilangkan uap air dari pengotor-pengotor lain. Sehingga yang tersisa hanya karbon kemudian di karakterisasi dengan menggunakan XRD.

Proses kalsinasi ini dilakukan dengan pemanasan pada suhu 450 °C selama 2 jam serta dialiri dengan gas nitrogen (N_2). Arang dimasukan didalam reaktor setelah dihubungkan dengan tabung nitrogen. Reaktor kemudian ditempatkan pada *furnace* yang suhunya telah diatur, yang dihubungkan dengan regulator untuk menyelaraskan suhu tanur dengan pencatat suhu yang telah ditentukan dan terhubung pula dengan stabilizer untuk menstabilkan tegangan listrik yang masuk kedalam *furnace*. Setelah itu didinginkan pada suhu kamar. Karbon yang dihasilkan dari proses kalsinasi kemudian di karakterisasi dengan XRD.

Analisis difraksi sinar- X dilakukan dengan menggunakan alat XRD dengan panjang gelombang 1,54060 Å menggunakan radiasi dari tabung target Cu, pada tegangan 40,0 kV, arus 30,0 mA, dan daerah pengamatan antara 3,0200°–80,0000°, selama 0,24 detik. Hasil difratogram dengan XRD dapat dilihat pada Gambar 3.

Berdasarkan difraktogram XRD yang diperlihatkan pada Gambar 3, data kristalinitas untuk sampel karbon sebelum aktivasi meliputi pemisahan interlayer karbon yaitu berturut-turut untuk tiga peak utama yaitu 2,93 Å, 3,25 Å, dan 8,26 Å, ketiga peak tersebut berada pada daerah

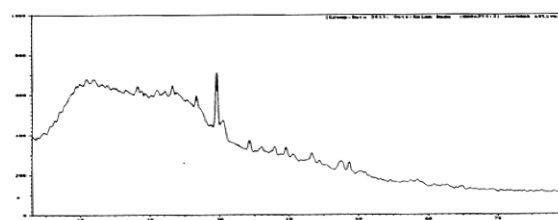
2 θ masing-masing adalah 30,47°, 27,40°, dan 10,70°.



Gambar 3. Difraktogram XRD Karbon Sebelum Aktivasi

Kalsinasi dan Aktivasi Arang dari Tempurung Kemiri

Karbon yang telah dikalsinasi, kemudian diaktivasi dengan menambahkan aktivator KOH 3 M dan direndam selama 10 jam, kemudian disaring dan dicuci dengan air hingga bersih, kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 110 °C selama 1 jam. Aktivasi yang dilakukan ini merupakan aktivasi kimia yaitu proses pemutusan rantai karbon dari senyawa organik dengan pemakaian bahan – bahan kimia. Proses aktivasi merupakan hal yang penting dalam pembuatan arang aktif. Melalui proses aktivasi arang akan memiliki daya adsorpsi yang semakin meningkat, karena arang hasil karbonasi biasanya masih mengandung zat yang masih menutupi pori-pori permukaan arang. Pada saat perendaman larutan KOH akan teradsorpsi oleh arang yang akan melarutkan tar dan mineral anorganik. Hilangnya zat tersebut dari permukaan arang aktif akan menyebabkan semakin besar pori dari arang aktif (Subadra, 2005). Besarnya pori arang aktif berakibat meningkatnya luas permukaan arang aktif. Hal ini akan meningkatkan kemampuan adsorpsi dari arang aktif, yang diperlihatkan pada Gambar 4.



Gambar 4. Difraktogram XRD Karbon Sesudah Aktivasi

Dari Gambar 4. menunjukkan bahwa terdapat juga tiga peak utama yang sama nilainya

berturut-turut 3,0195 Å, 3,3383 Å, dan 8,0955 Å dengan masing-masing berada pada nilai 2θ dengan nilai yang bergeser yaitu 29,560°, 26,682°, dan 10,920° yang berbeda dengan nilai 2θ pada difraktogram arang sebelum aktivasi. Pergeseran ini menunjukkan terjadinya perbedaan jarak antara muka kristal arang yang disebabkan oleh zat aktivator KOH.

Penentuan Keasaman Padatan Karbon Aktif

Keasaman padatan dapat dinyatakan sebagai kekuatan asam dan jumlah situs asam. Penentuan keasaman karbon aktif dilakukan dengan metode gravimetri, yaitu adsorpsi amoniak. Keasaman karbon aktif sebanding dengan banyaknya uap amoniak yang teradsorpsi oleh karbon aktif dimana proses adsorpsinya dilakukan dengan memanfaatkan keadaan vakum pada desikator agar tidak ada basa lain serta uap air yang teradsorpsi selain amoniak. Proses uji keasaman sebelum dan sesudah aktivasi diperlihatkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Perbandingan keasaman karbon aktif yang teradsorpsi sebelum dan sesudah aktivasi

Sampel Karbon	Cawan Kosong (g)	Cawan+ Sampel (g)	Cawan+ sampel Setelah teradsorpsi (g)	Bobot Teradsorpsi (10^{-3}) (mol g ⁻¹)
Sebelum diaktivasi	34,322	34,522	34,844	27,370
Sesudah diaktivasi	34,389	34,589	34,978	33,1245

Keasaman padatan harus ditentukan untuk mengetahui kemampuan adsorpsi karbon aktif yang dilakukan dengan metode gravimetri. Jumlah asam dari suatu padatan dapat diperoleh dengan cara mengukur jumlah basa yang teradsorpsi secara kimia, (kemisorpsi), dalam fase gas, basa yang digunakan adalah, piridin, quinolin, trimetilamin. Karbon sebelum aktivasi ke karbon yang sesudah teraktivasi makin bertambah luasnya permukaan karbon akibat proses kalsinasi dan proses aktivasi sehingga memungkinkan lebih banyaknya yang teradsorpsi.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang diperoleh maka dapat disimpulkan sebagai berikut:

1. Difraktogram XRD kristalinitas menghasilkan tiga peak utama yaitu 2,93 Å, 3,25 Å, dan

8,26 Å, dan ketiga peak berada pada daerah 2θ masing-masing adalah 30,47°, 27,40°, dan 10,70°.

2. Difraktogram XRD kristalinitas menghasilkan tiga peak utama yaitu 3,0195 Å, 3,3383 Å, dan 8,0955 Å, nilai 2θ yang bergeser yaitu 29,560°, 26,682°, dan 10,920°. Pergeseran ini menunjukkan terjadinya perbedaan jarak antara muka kristal arang yang disebabkan oleh zat aktivator KOH.
3. Berat keasaman padatan sebelum dan sesudah aktivasi berturut-turut ($27,370 \times 10^{-3}$ dan $33,1245 \times 10^{-3}$) mol g⁻¹.

DAFTAR PUSTAKA

- Anisya, D. S., 2009. Makalah Teknologi Minyak Nabati "MINYAK KEMIRI", Fakultas Teknik Kimia, Surakarta.
- Arifin, B dan Ramli, S. 1989. Aktivasi arang tempurung secara kimia. *Laporan Penelitian*. Universitas Syah Kulala Darusallam. Banda Aceh.
- Fitriadi, Y. 2011 *Kimia Organik II* Edisi kedua, terjemahan A. Hadyana pudjaatmaka, Penerbit Erlangga, Jakarta.
- Cheremisinoff., dan Morresi, 1978. *Carbon Adsorption Hand Book*. Ann Arbor Science Publishers. Universitas Michigan.
- Coocson, 1978, *Adsorption Mechanisme The Chemistry of Organic Application*. Ann Arbor Fitriadi, Y. 2011 *Kimia Organik II* Edisi kedua, terjemahan A. Hadyana pudjaatmaka, Penerbit Erlangga, Jakarta
- Fitriadi, Y. 2011 *Kimia Organik II* Edisi kedua, terjemahan A. Hadyana pudjaatmaka, Penerbit Erlangga, Jakarta.
- Subadra, I. Bambang, S. dan Iqmal, T. 2005, Pembuatan Karbon Aktif dari Tempurung Kelapa dengan Aktivator (NH₄)HCO₃ sebagai Adsorben untuk Pemurnian – Institut Teknologi Surabaya.